

## Cara Uji Kadar Mangan Dalam Air

Berdasarkan usulan dari Departemen Perindustrian  
standar ini disetujui oleh Dewan Standardisasi Nasional  
menjadi Standar Nasional Indonesia dengan nomor :

**SNI 06 - 1133 - 1989**

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
1. RUANG LINGKUP . . . . .	<b>1</b>
2. CARA UJI . . . . .	<b>1</b>



Hak cipta Badan Standardisasi Nasional. Copy standar ini dibuat oleh BSN untuk perumusan SNI, tahun 2019  
Penanggung jawab penggunaan: Subdirektorat Pengembangan Standar Lingkungan, Kehutanan, Perikanan dan Kelautan - BSN

## CARA UJI KADAR MANGAN DALAM AIR

### 1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara uji kadar mangan dalam air.

### 2. CARA UJI

Penentuan kadar mangan dalam air dapat dilakukan dengan salah satu dari 3 cara uji berikut.

- Cara uji "Persulfat" Kolorimetri  
Batas konsentrasi 0,05 - 1,5 mg/l mangan  
Cara uji spektrofotometri serapan atom, langsung  
Batas konsentrasi 0,02 - 5 mg/l
- Cara uji spektrofotometri chelat - ekstraksi  
Batas konsentrasi 2,0 - 500 µg/l mangan.

Terhadap contoh air yang diduga mengandung kadar mangan tinggi, harus dilakukan pengenceran sehingga dapat termasuk dalam jarak ukur masing-masing penentuan cara uji tersebut.

#### 2.1 Cara "Persulfat" Kolorimetri

##### 2.1.1 Prinsip

Ion mangan dalam suasana asam, panas dan dengan bantuan katalis, ini dioksidasi oleh persulfat menjadi senyawa manganat yang berwarna ungu kemerahan.

Warna yang terbentuk dibandingkan terhadap warna standar yang telah diketahui kadarnya.

##### 2.1.2 Gangguan

- Ion klorida
- Zat-zat organik
- Zat-zat reduktor
- Keketuhan

##### 2.1.3 Peralatan

- Spektrofotometer, yang bekerja pada panjang gelombang 525 nm atau filterfotometer yang berwarna hijau atau yang mempunyai transmisi cahaya maksimum mendekati 525 nm.
- Kuvet yang mempunyai ketebalan tembus cahaya 1 cm atau lebih.  
Tabung messler 100 ml
- Labu ukur 100 ml
- Gelas erlenmeyer 250 ml  
Alat-alat gelas lainnya.

##### 2.1.4 Pereaksi

###### 2.1.4.1 Pereaksi khusus

- Larutkan 75 g  $\text{HgSO}_4$  dalam 400 ml  $\text{HNO}_3$  pekat dan 200 ml air suling.
- Tambahkan 200 ml  $\text{H}_3\text{PO}_4$  pekat (85%) dan 0,03 g  $\text{AgNO}_3$
- Larutkan dan encerkan sampai 1 l.

###### 2.1.4.2 Kristal ammonium persulfat $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ atau kalium persulfat $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$



#### 2.1.4.3 Larutan sediaan mangan baku

- Timbang 3,2 g  $\text{KMnO}_4$ .p.a, larutkan dengan air suling dan encerkan sampai 1 l.
- Panaskan sampai hampir mendidih dan biarkan dalam keadaan mendidih selama 1 jam.  
Diamkan pada suhu kamar selama 2 -- 3 hari.
- Saring larutan melalui asbes atau cawan kaca masir (fritted glass filter crucible).
- Pindahkan larutan pada botol yang kering, berwarna gelap bertutup gelas dan simpan di tempat yang gelap.  
Jika ada endapan, larutan harus disaring sebelum distandarkan. Kadar larutan  $\text{KMnO}_4$  tersebut di atas 0,1 N.
- Tetapkan normalitas  $\text{KMnO}_4$  secara "Permanganometri".  
Membakukan  $\text{KMnO}_4$  terhadap natrium oksalat.
- Timbang dengan teliti 0,25 -- 0,30 g natrium oksalat ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) p.a. ke dalam erlenmeyer 250 ml.
- Larutkan dengan 60 ml air suling dan tambah 15 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
- Panaskan 80 -- 90°C dan titrasi dengan larutan  $\text{KMnO}_4$  sampai warna ungu.
- Kocoklah hati-hati dan tunggu dulu sampai warna ungu hilang sebelum penambahan permanganat selanjutnya.
- Teruskan titrasi sampai warna tak hilang lagi. Pada titik akhir titrasi suhu harus di atas 60°C.
- Tetapkan blanko, bersamaan dengan pekerjaan tersebut di atas.

$$\text{Normalitas } \text{KMnO}_4 = \frac{\text{g } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{(\text{A} - \text{B}) \times 0,06701}$$

di mana :

A = ml tirasi contoh  
B = ml titrasi blanko  
0,067 = BE.  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  ml.

#### 2.1.4.4 Larutan siapan mangan baku

Lakukan pengecekan terhadap larutan sediaan  $\text{KMnO}_4$  yang telah diketahui normalitasnya. sehingga kadar larutan menjadi 0,01 N.

1 ml  $\text{KMnO}_4$  0,01 N = 0,11 Mn

#### 2.1.5 Prosedur

##### 2.1.5.1 Pengolahan contoh, baku dan blanko

Ke dalam beberapa buah Erlenmeyer 250 ml masukkan masing-masing:

- a. 100 ml contoh air yang mengandung 0,005 -- 1,5 mg Mn
  - b. 100 ml air suling sebagai blanko
  - c. 0,05 ml; 0,1 ml; 0,2 ml; 0,3 ml dan seterusnya secara bertingkat baku Mn yang mengandung 1 ml = 0,11 mg dan setiap baku tambah 50 ml air suling.
- Ke dalam setiap Erlenmeyer tambahkan 5 ml pereaksi khusus
  - Panaskan dan didihkan selama 5 menit.
  - Pindahkan dari pemanas dan tambahkan masing-masing 1 g ammonium persulfat.



Didihkan kembali selama 5 menit

Warna ungu kemerahan yang terjadi menunjukkan adanya unsur mangan.

- Dinginkan hingga suhu kamar
- Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan sampai tanda batas.

Kocok sampai bercampur rata dan tentukan kadar mangan.

#### 2.4.2 Pengukuran secara visual

- Gunakan "Tabung Nessler" dengan jenis dan ukuran yang sama, bersih dan kering.
- Tempatkan beberapa buah tabung Nessler pada sebuah rak dengan dasar putih dan terang.

Pindahkan secara kuantitatif larutan blanko, baku dan contoh ke dalam tabung nessler.

Bandingkan warna contoh terhadap blanko dan baku.

- Hitung kadar mangan dari contoh dalam mg/liter.

#### 2.5.3 Pengukuran secara spektrofotometer

**Tabel 1**  
**Penggunaan Kuvet Berdasarkan Kadar Mangan**

Kadar Mangan (mg)	Ketebalan Kuvet (cm)
0,005 — 0,2	15
0,02 --- 0,4	5
0,05 --- 1,0	2
0,10 --- 1,5	1

- Gunakan spektrometer yang bekerja pada panjang gelombang 525 nm yang dilengkapi dengan Kuvet yang mempunyai ketebalan 1 cm atau lebih (sesuaikan dengan tabel), atau gunakan filterfotometer yang mempunyai transmisi cahaya mendekati 525.
- Atur fotometer pada absorbansi nol atau pada 100% transmittan terhadap blanko sebagai pembanding.
- Tetapkan harga serapan contoh dan masing-masing standar pada panjang gelombang 525 nm.
- Hitung kadar mangan dari contoh dalam mg/liter.

#### 2.1.6 Perhitungan

##### 2.1.6.1 Cara visual

$$\text{Mn (mg/l)} = \frac{\text{ml standar} \times \text{mg standar} \times 1000}{\text{ml contoh}}$$



## 2.1.6 2 Cara spektrofotometer

$$\text{Mn (mg/l)} = \frac{A_1}{A_2} \times C$$

di mana :

$A_1$  = serapan contoh

$A_2$  = serapan standar

$C$  = kadar standar mangan.

## 2.1.7 Ketelitian dan ketepatan

Ketelitian yang dapat dicapai dengan cara ini  $\pm 0,01$  mg/l dan ketepatan  $\pm 0,10$  mg/l.

## 2.2 Cara spektrofotometri serapan atom, langsung

## 2.2.1 Prinsip

Mangan yang terlarut ditentukan dengan mengatomisasikan contoh yang telah disaring. Mangan total dapat diperoleh dengan menentukan sejumlah filtrat setelah contoh dicerna dengan HCl - HNO<sub>3</sub>.

## 2.2.2 Gangguan

- Magnesium dengan kadar konsentrasi 100 mg/l mengganggu.
- SiO<sub>2</sub> dengan kadar konsentrasi sampai 100 mg/l tidak mengganggu.

## 2.2.3 Peralatan

- Spektrofotometri serapan atom, 279,5 nm.
- Sumber cahaya mangan  
Lampu "hollow — cathode" multi elemen atau lampu "electrodeless-discharge.
- Pengoksid  
Udara yang telah dilewatkan melalui saringan yang sesuai untuk mengeluarkan minyak, air dan bahan asing yang lain.
- Bahan  
Gas asetilena.
- Katup pengurang tekanan.

## 2.2.4 Pereaksi

## 2.2.4.1 HCl pekat, p.a. (Bj. 1,19)

## 2.2.4.2 Larutan sediaan mangan

(1,0 ml = 1,0 mg Mn)

Larutkan 3,076 g Mn SO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O dalam campuran 10 ml HNO<sub>3</sub> (Bj. 1,42) dan 100 ml air suling.

Encerkan sampai 1 liter dengan air suling.

## 2.2.4.3 Larutan mangan baku

(1,0 ml = 0,1 mg Mn)

Encerkan 100 ml larutan sediaan mangan sampai 1 liter dengan air suling.

2.2.4.4 HNO<sub>3</sub> pekat, p.a. (Bj. 1,42)2.2.4.5 HNO<sub>3</sub> (1 + 499)



## 2.2.5 Prosedur

### 2.2.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi mangan baku

- Siapkan masing-masing 100 ml, blanko dan paling sedikit 4 larutan baku pada daerah konsentrasi mangan yang diharapkan dari contoh ini dianalisa dengan pengenceran larutan baku mangan (2.2.4.3) dengan  $\text{HNO}_3$  (1 + 499). Siapkan baku tiap kali akan digunakan.
- Untuk penentuan mangan total dapat diperoleh dengan menambahkan 0,5 ml  $\text{HNO}_3$  (Bj. 1,42) dan lanjutkan sesuai butir berikut. Untuk penentuan mangan yang terlarut sesuai butir berikut.
- Salurkan (aspirate) larutan blanko dan larutan standar dan pembacaan instrumen. Salurkan  $\text{HNO}_3$  (1 + 499) setiap kali penentuan antara contoh-contoh.
- Buat kurva kalibrasi mangan baku.

### 2.2.5.2 Penetapan contoh

- Ukur 100 ml contoh yang telah disesuaikan ke dalam gelas piala 125 ml.
- Tambahkan 5 ml  $\text{HCl}$  (Bj. 1,19) pada masing-masing contoh.
- Panaskan contoh di atas penangas uap atau penangas listrik dalam ruangan asam sampai isi larutan berkurang 15 -- 20 ml dan usahakan contoh jangan sampai mendidih.
- Dinginkan dan saring contoh dengan kertas saring halus (bebas abu) ke dalam labu takar 100 ml. Cuci kertas saring 2 atau 3 kali dengan air dan encerkan sampai tanda batas.
- Salurkan masing-masing contoh dan asamkan dan tentukan serapan atau konsentrasinya. Salurkan  $\text{HNO}_3$  (1 + 499) setiap kali penentuan antara masing-masing contoh.

## 2.2.6 Perhitungan

Konsentrasi mangan dapat dihitung dari masing-masing contoh dalam mg/l dengan menggunakan kurva kalibrasi.

## 2.3 Cara spektrofotometri serapan atom, chelat - ekstraksi

### 2.3.1 Prinsip

Mangan yang terlarut dan mangan total yang diperoleh dengan pirolidin asam ditiokarbamat dan diekstraksi dengan kloroform. Hasil ekstraksi diuapkan sampai kering, diperlakukan dengan  $\text{HNO}_3$  panas untuk menghancurkan bahan-bahan organi ini dilarutkan dalam  $\text{HCl}$  dan diencerkan dengan air. Hasil larutan disemprot kabut ke dalam nyala udara asetilena dari spektrofotometer.

### 2.3.2 Gangguan

Sesuai butir 2.2.2.

### 2.3.3 Peralatan

Sesuai butir 2.2.3.

### 2.3.4 Pereaksi

#### 2.3.4.1 Larutan indikator bromkresol hijau (1 g/l)

Larutkan 0,1 g bromkresol hijau dalam 100 ml etanol 20%.



2.3.4.2 CS<sub>2</sub>2.3.4.3 CHCl<sub>3</sub>

## 2.3.4.4 HCl pekat, p.a. (Bj. 1,19).

## 2.3.4.5 HCl (1 + 2)

## 2.3.4.6 HCl (1 + 49)

## 2.3.4.7 Larutan sediaan mangan (1,0 ml = 100 µg Mn)

Larutkan 0,3076 g MnSO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O dalam air yang mengandung 1 ml HNO<sub>3</sub> (Bj. 1,42) dan encerkan sampai 1 liter dengan air suling.

## 2.3.4.8 Larutan baku mangan (1 ml = 1,0 µg Mn)

Encerkan 10 ml larutan sediaan mangan dan 1 ml (Bj. 1,42) sampai 1 liter dengan air suling.

2.3.4.9 HNO<sub>3</sub> pekat, p.a. (Bj. 1,42)

## 2.3.4.10 Reagen pirolidin asam ditiokarbamat - kloroform

Tambahkan 36 ml pirolidin ke dalam 1 l CHCl<sub>3</sub>. Dinginkan larutan dan tambahkan 30 ml CS<sub>2</sub>.

Encerkan sampai 2 liter dengan CHCl<sub>3</sub>.

## 2.3.4.11 Larutan NaOH (100 g/l)

Larutkan 100 g NaOH dalam air sampai 1 liter.

## 2.3.5 Prosedur

## 2.3.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi mangan baku

Siapkan blangko dan baku mangan yang mengandung 0,0 -- 50 µg mangan dari larutan baku mangan (2.3.4.8) dengan mengencerkannya dengan air. Siapkan baku tiap kali akan digunakan.

- Untuk penentuan mangan total diperoleh dengan menggunakan gelas piala 125 ml, tambahkan 0,5 ml HNO<sub>3</sub> (Bj. 1,42) dan lanjutkan sesuai butir berikut. Untuk penentuan mangan yang terlarut gunakan corong pemisah 250 ml dan lanjutkan sesuai butir berikut.

## 2.3.5.2 Penetapan contoh

- Ukur sejumlah contoh yang telah diasamkan yang mengandung lebih kecil dari 50 µg Mn (maksimum 100 ml) ke dalam gelas kimia 125 ml atur volume sampai 100 ml dengan air suling.

Catatan :

Jika hanya penentuan mangan terlarut, ukur sejumlah contoh yang telah diasamkan yang mengandung lebih kecil dari 50 µg Mn (maksimum 100 ml) ke dalam corong pemisah 250 ml selanjutnya seperti butir berikut.

Tambahkan 5 ml HCl (Bj. 1,19) pada masing-masing contoh.

- Panaskan contoh di atas penangas listrik dalam ruang asam sampai isi larutan berkurang 15 -- 20 ml, contoh jangan sampai mendidih.

- Dinginkan dan saring contoh dengan kertas saring halus (bebas abu) ke dalam corong pemisah 250 ml. Cuci kertas saring 2 atau 3 kali dengan air dan atur sampai isi larutan kira-kira 100 ml.

- Tambahkan 2 tetes indikator bromkresol hijau dan aduk.



- Atur pH dengan penambahan larutan NaOH (100 g/l) sampai warna biru bertahan. Tambahkan HCl (1 + 49) tetes demi tetes sampai warna hijau terang didapat pH 4,0.
  - Tambahkan 10 ml reagen pirolidin asam ditiokarbamat-kloroform dan kocok selama 2 menit.
  - Sumbat ujung corong pemisah dengan katun, diamkan sampai cairan terpisah dan keluarkan fasa kloroform ke dalam gelas piala 100 ml.  
Ulangi ekstraksi dengan 10 ml kloroform dan keluarkan lapisan kloroform ke dalam gelas piala yang sama.
  - Catatan :  
Jika warna masih ada dalam  $\text{CHCl}_3$ , ekstraksi lagi larutan berair sampai lapisan  $\text{CHCl}_3$  tidak berwarna.
  - Tempatkan gelas kimia di atas asbes penangas listrik dengan panas yang rendah dan uapkan sampai kering. Lakukan di ruang asam.
  - Pegang gelas piala dengan sudut  $45^\circ$  dan pelan-pelan tambahkan tetes demi tetes 2 ml  $\text{HNO}_3$  (Bj. 1,42), putar-putar gelas piala agar asam mengenai residu.
  - Tempatkan gelas piala di atas asbes penangas listrik dengan panas yang rendah dan uapkan sampai kering.
  - Tambahkan 2 ml HCl (1 + 2) dan panaskan sambil diputar-putar selama 1 menit.
  - Dinginkan dan pindahkan larutan secara kuantitatif ke labu takar 10 ml dan atur volumenya dengan air suling.
- Salurkan masing-masing contoh dan catat pembacaan instrument.

#### 2.3.6 Perhitungan

Tentukan berat mangan dalam masing-masing contoh dengan kurva kalibrasi.  
Konsentrasi mangan dalam  $\mu\text{g/l}$ .

$$\text{Mn, } \mu\text{g/l} = \frac{1000 \times B}{A}$$

di mana :

A = Volume contoh, ml

B = Berat mangan dalam contoh,  $\mu\text{g}$ .

Hak cipta Badan Standardisasi Nasional. Copy standar ini dibuat oleh BSN untuk perumusan SNI, tahun 2019  
Penanggung jawab penggunaan: Subdirektorat Pengembangan Standar Lingkungan, Kehutanan, Perikanan dan Kelautan - BSN



Hak cipta Badan Standardisasi Nasional. Copy standar ini dibuat oleh BSN untuk perumusan SNI, tahun 2019  
Penanggung jawab penggunaan: Subdirektorat Pengembangan Standar Lingkungan, Kehutanan, Perikanan dan Kelautan - BSN

Hak cipta Badan Standardisasi Nasional. Copy standar ini dibuat oleh BSN untuk perumusan SNI, tahun 2019  
Penanggung jawab penggunaan: Subdirektorat Pengembangan Standar Lingkungan, Kehutanan, Perikanan dan Kelautan - BSN



